

# BEST AVAILABLE COPY

4/5/3

DIALOG(R)File 351:Derwent WPI

(c) 2002 Derwent Info Ltd. All rts. reserv.

008632325

WPI Acc No: 1991-136355/\*199119\*

XRAM Acc No: C91-058854

Water-in-oil type emulsified compsns. - contain polyoxyalkylene modified organo-polysiloxane surfactant, hydrophobic silica, oil agent and water

Patent Assignee: KOBAYASHI KOSE KK (KOBAYASHI)

Number of Countries: 001 Number of Patents: 002

Patent Family:

Patent No	Kind	Date	Applicat No	Kind	Date	Week
JP 3072942	A	19910328	JP 90104715	A	19900420	199119 B
JP 3135901	B2	20010219	JP 90104715	A	19900420	200112

Priority Applications (No Type Date): JP 89111489 A 19890428; JP 90104715 A 19900420

Patent Details:

Patent No	Kind	Lan	Pg	Main IPC	Filing Notes
JP 3135901	B2	7	A61K-007/00	Previous Publ. patent JP 3072942	

Abstract (Basic): JP 3072942 A

Emulsified compsns. contain components (a) to (d). (a) 0.5-10 wt.% polyoxyalkylene modified organopolysiloxane surfactant of formula (I), (where G1 and G2 may be the same or different and represent CH3 or (CH2)pO(C2H4O)m(C3H6O)nR1 (p = 1-5, m = 1-50, n = 0-30, R1 = H or 1-5C alkyl), X = (CH2)pO(C2H4O)m(C3H6O)nR1 (p, m, n and R1 are the same as above), a = 5-300, b = 0-50; excluding the case where G1 and G2 are both CH3 and b = 0. a = 1-30, b = 0-50, c = 5-300, R2 = R2=1-20C alkyl). (b) 0.5-7 wt.% hydrophobic silica in which the hydrophilic hydroxyl group on the surface is trimethylsilylated. (c) 20-90 wt.% oil agent. (d) 5-80 wt.% water.

USE/ADVANTAGE - The compositions obtd. are useful as cosmetic bsaes. They are prepd. easily with a wide range of viscosity from an emulsion to a cake in a good emulsified state. They are stable and are not influenced by temp. (6pp Dwg.No.0/0)

Title Terms: WATER; OIL; TYPE; EMULSION; COMPOSITION; CONTAIN; POLY; OXY; ALKYLENE; MODIFIED; ORGANO; POLYSILOXANE; SURFACTANT; HYDROPHOBIC; SILICA; OIL; AGENT; WATER

Derwent Class: A25; A26; A96; D21

International Patent Class (Main): A61K-007/00

International Patent Class (Additional): A61K-009/06; A61K-009/107;

B01F-017/42; B01F-017/54; B01J-013/00

File Segment: CPI

## ⑫ 公開特許公報(A)

平3-72942

⑤ Int. Cl.<sup>5</sup>

識別記号

庁内整理番号

⑬ 公開 平成3年(1991)3月28日

B 01 J 13/00  
A 61 K 7/00  
9/06  
9/107  
B 01 F 17/42  
17/54

A 6345-4G  
E 9051-4C  
D 7624-4C  
Q 7624-4C  
6345-4G  
6345-4G

審査請求 未請求 請求項の数 1 (全6頁)

⑭ 発明の名称 油中水型乳化組成物

⑰ 特 願 平2-104715

⑱ 出 願 平2(1990)4月20日

優先権主張 ⑲ 平1(1989)4月28日 ⑳ 日本(JP)㉑ 特願 平1-111489

⑳ 発 明 者 田 中 洋 一 郎 東京都北区栄町48番18号 株式会社小林コーセー研究所内  
㉑ 発 明 者 浅 野 可 江 東京都北区栄町48番18号 株式会社小林コーセー研究所内  
㉒ 出 願 人 株式会社小林コーセー 東京都中央区日本橋3-6-2  
㉓ 代 理 人 弁理士 有賀 三幸 外2名

## 明 細 書

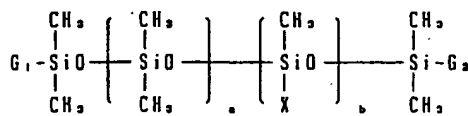
## 1. 発明の名称

油中水型乳化組成物

## 2. 特許請求の範囲

## 1 次の成分(イ)～(ニ)

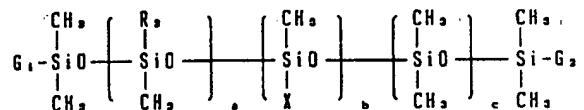
(イ) 一般式(Ⅰ)又は(Ⅱ)



(Ⅰ)

[式中、G<sub>1</sub>及びG<sub>2</sub>は同一でも異なってもよく、それぞれCH<sub>3</sub>又は

(CH<sub>2</sub>)<sub>a</sub>O(C<sub>2</sub>H<sub>4</sub>O)<sub>n</sub>(C<sub>3</sub>H<sub>6</sub>O)<sub>p</sub>R<sub>1</sub>(p=1～5、a=1～50、n=0～30の数を示し、R<sub>1</sub>は酸素原子又は炭素数1～5のアルキル基を示す)を示し、Xは(CH<sub>2</sub>)<sub>a</sub>O(C<sub>2</sub>H<sub>4</sub>O)<sub>n</sub>(C<sub>3</sub>H<sub>6</sub>O)<sub>p</sub>R<sub>1</sub>(p、a、n及びR<sub>1</sub>は前記と同じ意味を有する)を示し、a=5～300、b=0～50の数を示す。ただし、G<sub>1</sub>及びG<sub>2</sub>がともにCH<sub>3</sub>であり、かつb=0である場合を除く。]



(Ⅱ)

[式中、G<sub>1</sub>、G<sub>2</sub>及びXは前記と同じ意味を有し、a=1～30、b=0～50、c=5～300の数を示し、R<sub>2</sub>は炭素数2～20のアルキル基を示す。ただし、G<sub>1</sub>及びG<sub>2</sub>がともにCH<sub>3</sub>であり、かつb=0である場合を除く。]

で表わされるポリオキシアルキレン変性オルガノポリシロキサン系界面活性剤

0.5～10重量%

(ロ) 表面の親水性水酸基をトリメチルシリル化した疎水化シリカ 0.5～7重量%

(ハ) 油剤 20～90重量%

(ニ) 水 5～80重量%

を含有することを特徴とする油中水型乳化組成物。

## 3. 発明の詳細な説明

[産業上の利用分野]

本発明は、油中水型乳化組成物に関し、さらに詳細には、良好な乳化状態を呈し、温度や経時による変化がなく、幅広い粘度領域において安定性に優れ、しかも良好な使用感触や使用性を有し、種々の化粧料等の基材として好適な油中水型乳化組成物に関する。

〔従来の技術および発明が解決しようとする課題〕

乳化組成物は一般に水中油型(O/W型)と油中水型(W/O型)に大別され、これらは乳化剤により安定に分散されている。このうち、W/O型乳化組成物はO/W型のものに比べ、肌への親和性が良く、肌表面を油膜で被覆し、水分の蒸散を防ぎ、肌を乾燥から保護したり、肌にトリートメント効果を付与するなどの性質から基礎化粧料、また撥水性に優れ、化粧くずれが少ないことからメーキャップ化粧料などのような化粧品や、医薬品の基材として広く用いられている。

従来のW/O型乳化組成物には、経時安定

性確保のために油剤成分としてワックスが配合されているが、その場合使用感触が悪くなり、しかも製品系の粘性が高まるため低粘度領域で安定性の良いものが得難かった。

また、さっぱりとしてべたつきが少ない良好な使用感触と優れた撥水性を有するW/O型乳化組成物を得るため、油剤としてシリコン油もよく用いられる。また、この乳化組成物を調製する際、乳化剤としては、シリコン油との相溶性が良く、より経時安定性の優れたものを得る為に、親油性のポリオキシアルキレン変性オルガノポリシロキサン系界面活性剤が汎用されている。しかし、この界面活性剤を単独で用いた場合は、初期の乳化力は良いものの、経時安定性を確保することが難しいという欠点があった。その安定化のためにワックスを併用することが行われたり、またゲル化剤である有機変性粘土鉱物を用いた技術(特開昭61-66752号公報、同61-218509号公報)などが知られている。しかし

ながら、ワックスや有機変性粘土鉱物を用いる為その製品は粘性のあるものとなってしまう、経時安定性に優れた乳液状のものまで調製することが困難であり、使用時に振とうして用いる製品として実用化されているのが現状であり、また、ワックス等を用いるため使用感触や使用性の面でも充分満足できるものではなかった。

このため、低粘度から高粘度領域において乳化状態の経時安定性に優れ、しかも良好な使用感触や使用性を有する油中水型乳化組成物の開発が望まれていた。

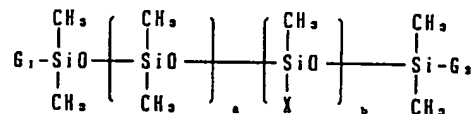
〔課題を解決するための手段〕

斯かる実情において、本発明者らは鋭意研究を行った結果、乳化剤として特定のポリオキシアルキレン変性オルガノポリシロキサン系界面活性剤を、また乳化安定化剤として特定の疎水化シリカを用いれば、乳化状態が良く、安定性に優れ、また良好な使用感触や使用性を有し、しかも幅広い粘度領域の調製が

可能な油中水型乳化組成物が得られることを見出し、本発明を完成した。

すなわち、本発明は、次の成分(I)～(二)

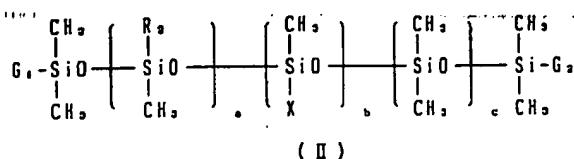
(I) 一般式(I)または(II)



(I)

〔式中、G<sub>1</sub>及びG<sub>2</sub>は同一でも異なってもよく、それぞれCH<sub>3</sub>又は

(CH<sub>3</sub>)<sub>p</sub>, O(C<sub>2</sub>H<sub>4</sub>O)<sub>n</sub>(C<sub>2</sub>H<sub>4</sub>O)<sub>m</sub>R<sub>1</sub> (p=1~5, m=1~50, n=0~30の数を示し、R<sub>1</sub>は水素原子又は炭素数1~5のアルキル基を示す)を示し、Xは(CH<sub>3</sub>)<sub>p</sub>, O(C<sub>2</sub>H<sub>4</sub>O)<sub>n</sub>(C<sub>2</sub>H<sub>4</sub>O)<sub>m</sub>R<sub>1</sub> (p, m, n及びR<sub>1</sub>は前記と同じ意味を有する)を示し、a=5~300, b=0~50の数を示す。ただし、G<sub>1</sub>及びG<sub>2</sub>がともにCH<sub>3</sub>であり、かつb=0である場合を除く。〕



〔式中、 $G_1$ 、 $G_2$ 及び $X$ は前記と同じ意味を有し、 $a=1\sim30$ 、 $b=0\sim50$ 、 $c=5\sim300$ の数を示し、 $R_2$ は炭素数2～20のアルキル基を示す。ただし、 $G_1$ 及び $G_2$ がともに $\text{CH}_3$ であり、かつ $b=0$ である場合を除く。〕

で表わされるポリオキシアルキレン変性オルガノポリシロキサン系界面活性剤

0.5～10重量%

(ロ) 表面の親水性水酸基をトリメチルシリル化した疎水化シリカ 0.5～7重量%

(ハ) 油剤 20～90重量%

(ニ) 水 5～80重量%

を含有することと特徴とする油中水型乳化組成物を提供するものである。

本発明の(イ)成分であるポリオキシアルキレン変性オルガノポリシロキサン系界面活

本発明の(ロ)成分である疎水化シリカは、表面の親水性水酸基をトリメチルシリル化した疎水性の高いものであり、乳化安定化剤として機能する。この疎水化シリカは、例えばヘキサメチルシラザンを用い、シリカ表面を覆っている親水性の水酸基をトリメチルシロキシ基に置き換えることにより製造される。これらの市販品としては、エロジールR812(デグサ社製)、トラノックス500(タルコ社製)、キャボジルTS-530(キャボット社製)などが挙げられ、比表面積が200 $\text{cm}^2/\text{g}$ 以上のものである。

(ロ)成分は、全組成中に0.5～7%、好ましくは0.5～5%配合される。0.5%未満では期待する乳化安定性が得られず、7%を超えると製品系の粘性が高くなりすぎ、のびが重く、仕上がりに膜厚感を与えるので好ましくない。

本発明の(ハ)成分である油剤は、通常化粧品などに用いられるものであれば特に限定

性剤は、前記一般式(I)又は(II)で表わされ、ポリエーテル変性シリコーン及びアルキルポリエーテル変性シリコーンと称されるもので、乳化剤として機能するものである。

これらは、常温で液状ないしペースト状のもので、特に水不溶性のものが好ましく、市販品としては、シリコンKP-945A(信越化学工業社製)、シリコンSH-3772C(東レ・ダウコーニングシリコーン社製)、アビルWE-09(ゴールドシュミット社製)などが挙げられ、好適に利用できる。

(イ)成分は、全組成中に、0.5～10重量%(以下、単に%で示す)、好ましくは1.0～5%配合される。0.5%未満では十分な乳化能が発揮されず、乳化安定性が悪くなり、10%を超えるとべたつきを感じたり、仕上がり膜の持続性が悪くなり好ましくない。そして、この配合量を適宜選択して用いることにより、目的とする粘度を有する油中水型乳化組成物を得ることができる。

されず、天然動・植物油、合成油のいずれを問わずに使用でき、例えば流動パラフィン、スクワランなどの炭化水素、油脂、エステル、グリセライド、前記以外のシリコーン油、高級脂肪酸、高級アルコールなどの液状油、ペースト状油もしくは固形状油が挙げられる。特に油剤成分として、揮発性シリコーン油やイソパラフィンなどの低沸点炭化水素油等の揮発性油剤を配合するとべたつきがなく、のびがなめらかになり、また使用後に揮発して肌に残らず、仕上がり膜の密着性と持続性が高められるので好ましい。

(ハ)成分は、この種の乳化組成物に用いられる量であれば、特に限定されずに配合されるが、全組成中に20～90%配合される。また、前記揮発性油剤を油剤中に3～25%配合すると、さらに好ましい。

本発明の(ニ)成分である水は、全組成中に5～80%配合される。

また、本発明の油中水型乳化組成物には、

前記必須成分のほか、通常用いられる成分、例えば保湿剤、防腐剤、酸化防止剤、紫外線吸収剤、美容成分、香料、水溶性高分子、一価または多価アルコール、前記以外の界面活性剤、体質顔料、着色顔料、光輝性顔料、有機粉体などを必要に応じ、適宜選択して配合することができる。

本発明の油中水型乳化組成物は、通常の方法に従って製造することができ、前記必須成分および任意成分の配合量を適宜選択して用いることにより、乳液状〜クリーム状〜固形状の幅広い粘度領域のものを容易に得ることができる。そして、各種の化粧品などとして適用される。

#### 〔実施例〕

以下、実施例を挙げて本発明をさらに説明するが、本発明は、これら実施例に限定されるものではない。

#### 実施例 1

第1表に示す組成の油中水型乳化組成物を

調製し、次の基準により、乳化安定性および使用テストによる官能面からの評価を行った。結果を第2表に示す。

#### 評価基準

##### <安定性評価>

○：変化なし

△：僅かに分離・凝集発生

×：分離・凝集

##### <官能評価>

；良好

；やや劣る

；劣る

以下余白

第1表

成分(%)	本発明品					比較品						
	1	2	3	4	5	1	2	3	4	5	6	7
(1)ロジン酸ベンタエリトリットエステル	2.0	2.0	2.0	2.0	2.0	2.0	2.0	2.0	2.0	2.0	2.0	2.0
(2)ワセリン	2.0	2.0	2.0	2.0	2.0	2.0	2.0	2.0	2.0	2.0	2.0	2.0
(3)グリセリン脂肪酸エステル	8.0	8.0	8.0	8.0	8.0	8.0	8.0	8.0	8.0	8.0	8.0	8.0
(4)スクワラン	10.0	10.0	10.0	10.0	10.0	10.0	10.0	10.0	10.0	10.0	10.0	10.0
(5)ジメチルポリシロキサン(5cs)	13.0	13.0	13.0	13.0	13.0	13.0	13.0	13.0	13.0	13.0	13.0	13.0
(6)ポリオキシアルキレン変性オルガノポリシロキサン系界面活性剤#1	0.5	1.5	3.0	7.0	-	0.2	3.0	5.0	3.0	3.0	3.0	3.0
#2	-	-	-	-	3.0	-	-	-	-	-	-	-
(7)疎水化シリカ(エロジールR812)	0.7	2.0	5.0	1.0	2.0	2.0	0.3	10.0	-	-	-	-
(8)疎水化シリカ(エロジールR972) #3	-	-	-	-	-	-	-	-	5.0	-	-	-
(9)無水シリカ(エロジール200)	-	-	-	-	-	-	-	-	-	5.0	-	-
00有機変性ペントナイト	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	0.5	3.0
00メチルセルロース	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1
02 1, 3-ブチレングリコール	10.0	10.0	10.0	10.0	10.0	10.0	10.0	10.0	10.0	10.0	10.0	10.0
03精製水	残量	残量	残量	残量	残量	残量	残量	残量	残量	残量	残量	残量

#1：一般式(I)中、 $G_1=G_2=CH_3$ ,  $X=(CH_2)_aO(C_2H_4O)_b(C_6H_4O)_cR_1$ ,  $a=20\sim30$ ,  $b=1\sim5$ ,  $c=2\sim5$ ,  $n=0$ ,  $R_1=H$

#2：一般式(II)中、 $G_1=G_2=CH_3$ ,  $X=(CH_2)_aO(C_2H_4O)_b(C_6H_4O)_cR_1$ ,  $a=2\sim10$ ,  $b=1\sim10$ ,  $c=20\sim60$ ,  $p=3$ ,  $q=2\sim10$ ,  $n=2$ ,  $R_1=H$ ,  $R_2$ =炭素数16のアルキル基

#3：表面の親水性水酸基をジメチルシリル化した疎水化シリカ

第2表

評 価	本 発 明 品					比 較 品						
	1	2	3	4	5	1	2	3	4	5	6	7
乳化状態 性状	○ 乳液	○ 乳液	○ クリ ーム	○ 乳液	○ 乳液	△ 乳液	○ 乳液	○ クリ ーム	○ クリ ーム	△ クリ ーム	○ 乳液	△ クリ ーム
乳化安定性 (1ヶ月)												
(5℃)	○	○	○	○	○	×	×	○	△	×	×	○
(30℃)	○	○	○	○	○	×	×	○	×	×	×	○
(40℃)	○	○	○	○	○	×	×	○	×	×	×	○
(官能評価)												
べたつき感のなさ	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
のび	○	○	○	○	○	○	○	×	○	○	○	×
膜厚感	○	○	○	○	○	○	○	×	○	○	○	×
化粧持続性 (耐水性)	○	○	○	○	○	△	×	○	○	×	△	△

第2表から明らかな如く、本発明の油中水型乳化組成物は、経時変化がなく安定性に優れ、しかも使用感触や使用性においても満足できるものであった。

#### 実施例2 乳液状ファンデーション

(成分)	(%)
(1) 酸化チタン	15.0
(2) 雲母チタン	2.0
(3) 着色顔料	3.0
(4) ナイロンパウダー	1.0
(5) タルク	4.0
(6) 疎水化シリカ (エロジールR812; デグサ社製)	1.5
(7) 大豆リン脂質	1.0
(8) ジペンタエリトリット脂肪酸 エステル	3.0
(9) ジメチルポリシロキサン(10cs)	3.0
(10) スクワラン	5.0
(11) グリセリン脂肪酸エステル	8.5
(12) デカメチルシクロペンタ シロキサン	10.0

03、ポリオキシアルキレン変性オル  
ガノポリシロキサン系界面活性剤  
(実施例1の#1と同じ) 3.0

04 バラオキシ安息香酸エステル 0.1

05 エタノール 4.0

06 1, 3-ブチレングリコール 5.0

07 精製水 残量

#### (製法)

成分(7)~03を混合、加熱溶解し、これに成分(1)~(6)を添加し、混合、分散する。これに別途混合、加熱溶解した04~07を加えて乳化を行ない、冷却する。これを容器に充填して乳液状ファンデーションを得た。

#### 実施例3 固形状口紅

(成分) (%)

(1) マイクロクリスタリンワックス	15.0
(2) ロジン酸ペンタエリトリット エステル	5.0
(3) ポリイソブチレン (平均分子量 2300)	10.0
(4) グリセリン脂肪酸エステル	36.0
(5) ショ糖脂肪酸エステル	3.0

(6)	ポリオキシアルキレン変性オル ガノポリシロキサン系界面活性剤 (実施例1の*2と同じ)	1.0
(7)	疎水化シリカ (エロジールR812; デグサ社製)	2.0
(8)	雲母チタン	10.0
(9)	着色顔料	3.0
00	精製水	残量
(製法)		

実施例2と同様にして固形状口紅を得た。

#### 実施例4 クリーム状アイシャドウ

(成分)	(%)
(1) マイクロクリスタリンワックス	3.0
(2) スクワラン	5.0
(3) グリセリン脂肪酸エステル	5.0
(4) ジメチルポリシロキサン(5cs)	10.0
(5) メチルフェニルポリシロ キサン(20cs)	5.0
(6) ポリオキシアルキレン変性オル ガノポリシロキサン系界面活性剤 (実施例1の*1と同じ)	2.0
(7) 疎水化シリカ (エロジールR812; デグサ社製)	5.0
(8) 雲母チタン	15.0

(7)	ポリオキシアルキレン変性オル ガノポリシロキサン系界面活性剤 (実施例1の*1と同じ)	1.5
(8)	疎水化シリカ (タラノックス500; タルコ社製)	0.7
(9)	カルボキシビニルポリマー	0.1
00	グリセリン	5.0
00	パラオキシ安息香酸エステル	0.2
02	トリエタノールアミン	0.1
03	精製水	残量
(製法)		

成分(1)~(6)を混合、加熱溶解後、成分(7)及び(8)を加えて混合する。これに予め混合、加熱溶解した成分(9)~(13)を攪拌しながら加えて乳化を行ない、冷却する。これを容器に充填してハンドグローブを得た。

以上の実施例2~5の本発明品は、乳化安定性に優れ、またべたつきがないなど、良好な使用感触を有し、使用時ののびが良く、仕上がりにおいても膜厚感がなく、耐水性があって持続性の高いものであった。

[発明の効果]

(9)	酸化鉄雲母チタン	5.0
00	酸化チタン	3.0
00	マイカ	6.0
02	着色顔料	1.0
03	メチルセルロース	0.2
04	1, 3-ブチレングリコール	5.0
05	パラオキシ安息香酸エステル	0.2
06	精製水	残量
(製法)		

実施例2と同様にしてクリーム状アイシャドウを得た。

#### 実施例5 ハンドグローブ

(成分)	(%)
(1) マイクロクリスタリンワックス	2.0
(2) ジペンタエリトリット脂肪酸 エステル	1.0
(3) ミツロウ	2.0
(4) 軽質流動イソパラフィン	5.0
(5) ジメチルポリシロキサン(5cs)	10.0
(6) スクワラン	12.8

以上詳述した如く、本発明の袖中水型乳化組成物は、乳液状から固形状のものまで幅広い範囲の粘度領域のものを容易に調製することが可能であり、乳化状態が良好で温度による影響も受けず、経時安定性にも優れ、しかもべたつきを感じない使用感触、更にはのびがよく、肌塗布後、膜厚感のない耐水性のある膜を形成できるなどの使用性が良好なものである。従って、化粧品などの基材として好適であり、きわめて有用性の高いものである。

以上

出願人 株式会社 小林コーセー

代理人 弁理士 有 賀 三 幸

弁理士 高 野 登志雄

弁理士 中 嶋 俊 夫

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning  
Operations and is not part of the Official Record**

**BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

☐ BLACK BORDERS

☐ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES

☐ FADED TEXT OR DRAWING

8 ☒ BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING

☐ SKEWED/SLANTED IMAGES

☐ COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS

☐ GRAY SCALE DOCUMENTS

☐ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT

☐ REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY

☐ OTHER: \_\_\_\_\_

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.**